

# POLYMER DISPERSION IN SILICONE MEDIUM AND COMPOSITION CONTAINING THE SAME

Publication number: JP2004190035

Publication date: 2004-07-08

Inventor: LION BERTRAND

Applicant: OREAL

Also published as:



EP1428843 (A1)



FR2848560 (A1)



EP1428843 (B1)

Classification:

- International: A61K8/19; A61K8/00; A61K8/30; A61K8/31; A61K8/67;  
A61K8/72; A61K8/81; A61K8/89; A61K8/891;  
A61Q1/00; A61Q1/04; A61Q1/10; A61Q3/02;  
A61Q19/00; C08F2/38; C08F283/06; C08F290/06;  
C08L51/00; C08L51/08; C08L83/07; A61K8/19;  
A61K8/00; A61K8/30; A61K8/72; A61Q1/00;  
A61Q1/02; A61Q3/02; A61Q19/00; C08F2/38;  
C08F283/00; C08F290/00; C08L51/00; C08L83/00;  
(IPC1-7): C08F290/06; A61K7/00; A61K7/025;  
A61K7/032; A61K7/043; A61K7/48

- European: C08F283/06; C08F290/06; C08F290/06F; C08L51/00B;  
C08L51/08

Application number: JP20030415754 20031212

Priority number(s): FR20020015739 20021212

[Report a data error here](#)

## Abstract of JP2004190035

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polymer particle dispersion forming stable particles in a silicone medium without adding a stabilized polymer, and to provide a composition using the dispersion.

SOLUTION: The polymer particle dispersion is provided by dispersing particles comprising at least one acrylic polymer in a non-aqueous silicone medium, wherein the acrylic polymer comprises a skeleton insoluble in the medium and has a part having a side chain bonded to the skeleton by a covalent bond and soluble in the medium. The polymer is obtained by free radical polymerization in the medium and in the presence of an addition monomer such as acrylic acid or methacrylic acid and of the first monomer for forming the insoluble skeleton and selected from 1-3C alkyl (meth)acrylates with at least one silicone macromonomer having terminal group forming the side chain by reacting in polymerization, which macromonomer has >=200 weight-average molecular weight and forms 0.05-20wt.% polymer.

COPYRIGHT: (C)2004,JPO&NCIPI

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-190035

(P2004-190035A)

(43) 公開日 平成16年7月8日(2004.7.8)

(51) Int.Cl.

C08F 290/06  
 A61K 7/00  
 A61K 7/025  
 A61K 7/032  
 A61K 7/043

F I

C08F 290/06  
 A61K 7/00  
 A61K 7/00  
 A61K 7/00  
 A61K 7/00

B  
 C  
 H  
 J

テーマコード(参考)

4C083  
 4J027

審査請求有 請求項の数 18 O.L. (全 19 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2003-415754(P2003-415754)

(22) 出願日

平成15年12月12日(2003.12.12)

(31) 優先権主張番号

0215739

(32) 優先日

平成14年12月12日(2002.12.12)

(33) 優先権主張国

フランス(FR)

(71) 出願人 391023932

ロレアル

L'OREAL

フランス国パリ、リュ ロワイヤル 14

100109726

弁理士 園田 吉隆

100101199

弁理士 小林 義教

(72) 発明者 ベルトラン リヨン

フランス国 95270 リュザルシエ,  
リュ ムッシュール ブランス 3

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】シリコーン媒体へのポリマーディスパージョンとそれを含有する組成物

## (57) 【要約】

【課題】安定化ポリマーを添加しないでシリコーン媒体中で安定粒子を形成可能な新規ポリマーを用いたディスパージョン及びこれを含有する組成物を提供する。

【解決手段】非水性シリコーン媒体に、該媒体に不溶性である骨格と、該骨格に共有結合した側鎖からなる上記媒体に可溶性である部分とを含む少なくとも一のアクリルポリマーからなる粒子が分散したディスパージョンを形成する。上記ポリマーは、アクリル酸、メタクリル酸等の付加的モノマーの存在下で、上記不溶性骨格を形成するための、(メタ)アクリル酸C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>アルキルから選択される第一モノマーと、重合中に反応して上記側鎖を形成可能な末端基を含む少なくとも一のシリコーンマクロモノマーであって、200以上の重量平均分子量を持ちポリマーの0.05重量%から20重量%を占めるマクロモノマーとからなる重合性混合物の上記媒体中のフリーラジカル重合によって得る。

【選択図】なし

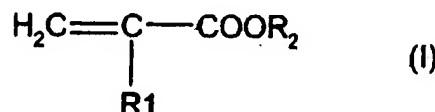
## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

非水性シリコーン媒体に、該媒体に不溶性である骨格と、該骨格に共有結合した側鎖からなる上記媒体に可溶性である部分とを含む少なくとも一のアクリルポリマーからなる粒子が分散したディスパージョンであって、上記ポリマーが、

一 場合によってはアクリル酸、メタクリル酸及び次の式(I)：

## 【化1】



10

(上式中、

- $\text{R}_1$  は水素原子又はメチル基を示し；
- $\text{R}_2$  は、

— 1から6の炭素原子を含む直鎖状又は分枝状アルキル基であって、その鎖中に  
— 又は複数の酸素原子を含み、及び／又は-OH、ハロゲン原子(F、Cl、Br又はI)  
) 及び-NR'R"(ここで、R'及R"は同一でも異なっていてもよく、直鎖状又は分枝状  
C1-C8アルキル基から選択される)から選択される—又は複数の置換基を含む基；

— 3から6の炭素原子を含む環状アルキル基であって、その鎮中に—又は複数の  
酸素原子を含むことができ、及び／又はOH及びハロゲン原子(F、Cl、Br又はI)  
から選択される—又は複数の置換基を含むことができる基；  
を表す)

の(メタ)アクリル酸アルキル、及びその塩から選択される—又は複数の付加的モノマーの  
存在下で、上記不溶性骨格を形成するための、(メタ)アクリル酸C1-C8アルキルから  
単独に又は混合物として選択される第一モノマーと；

— 重合中に反応して上記側鎖を形成可能な末端基を含む少なくとも一のシリコーンマクロモノマーであって、200以上の重量平均分子量を持ちポリマーの0.05重量%から  
20重量%を占めるマクロモノマーと；

からなる重合性混合物の上記媒体中でのフリーラジカル重合によって得ることが可能である、ディスパージョン。

20

30

## 【請求項2】

非水性シリコーン媒体は、少なくとも50重量%が17(MPa)<sup>1/2</sup>以下のハンセン  
溶解性空間による包括溶解性パラメータを持つ少なくとも一の非水性シリコーン液体化合物  
からなる請求項1に記載のディスパージョン。

## 【請求項3】

非水性シリコーン化合物が、分枝状でもよい揮発性及び／又は非揮発性シリコーン油、  
及び2から7のケイ素原子を含む直鎖状又は分枝状シリコーン類で、1から10の炭素原子  
を含むアルキル又はアルコキシ基を含んでいてもよいシリコーン類；非揮発性ポリジメチルシロキサン類(PDMS)等の非揮発性ポリジアルキルシロキサン類；2から24  
の炭素原子を含む基であってシリコーン鎖の末端にあってもペンドント基でもよいアルキ  
ル、アルコキシ又はフェニル基を含むポリジメチルシロキサン類；フェニルトリメチコ  
ーン類、フェニルジメチコーン類、フェニルトリメチルシロキシジフェニルシロキサン類、  
ジフェニルジメチコーン類、ジフェニルメチルジフェニルトリシロキサン類及びポリメチ  
ルフェニルシロキサン類等のフェニルシリコーン類；脂肪酸(特にC<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>)、脂肪  
アルコール(特にC<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>)又はポリオキシアルキレン(特にポリオキシエチレン及  
び／又はポリオキシプロピレン)で変性したポリシロキサン類；アミノポリシロキサン類；  
ヒドロキシル基を含むポリシロキサン類；水素の全部か一部がフッ素原子で置き換えられ  
た1から12の炭素原子を含む、シリコーン鎖の末端にあるかペンドント基であるフル  
オロ基を含むフルオロポリシロキサン類；並びにその混合物から選択される請求項2に記  
載のディスパージョン。

40

50

## 【請求項4】

第一モノマー又は第一モノマーの混合物が、「第一モノマー+付加的モノマー」混合物の50-100重量%、特に55から95重量%あるいは更には60から80重量%を占める請求項1ないし3の何れか1項に記載のディスパージョン。

## 【請求項5】

上記第一モノマーが、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、メタクリル酸n-プロピル、アクリル酸イソプロピル及びメタクリル酸イソプロピルから、単独又は混合物として選択される請求項1ないし4の何れか1項に記載のディスパージョン。

## 【請求項6】

付加的なモノマーが、(メタ)アクリル酸メトキシエチル又はエトキシエチル；メタクリル酸トリフルオロエチル；メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル；及びその塩から、単独又は混合物として選択される請求項1ないし5の何れか1項に記載のディスパージョン。

## 【請求項7】

反応後にポリマーの上記側鎖を構成するマクロモノマーが、ビニル基及び(メタ)アクリロイルオキシ基(アクリレート又はメタクリレート)から選択される重合性末端基を鎖末端に含む請求項1ないし6の何れか1項に記載のディスパージョン。

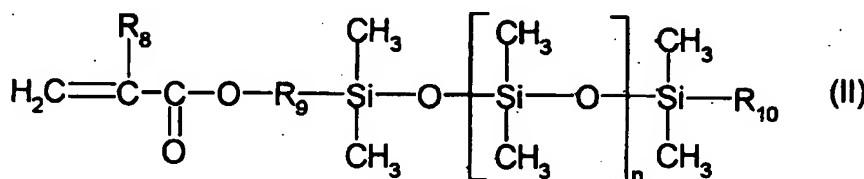
## 【請求項8】

マクロモノマーが200から100000、好ましくは300から50000、特に50から20000の範囲の重量平均分子量(Mw)を有する請求項1ないし7の何れか1項に記載のディスパージョン。

## 【請求項9】

マクロモノマーが、モノアクリロイルオキシ又はモノメタクリロイルオキシ末端基を含むポリジメチルシロキサン類、特に次の式(I I)：

## 【化2】



(上式中、

- R8は水素原子又はメチル基、好ましくはメチル基を示し；
- R9は1から10の炭素原子を含む二価の直鎖状又は分枝状炭化水素基であって、場合によっては一又は二のエーテル結合-O-を含む基を表し；好ましくはR9はエチレン、プロピレン又はブチレンを表し；
- R10は1から10の炭素原子、特に2から8の炭素原子を含む直鎖状又は分枝状アルキル基を表し；好ましくはR10はメチル、エチル、アロキル、ブチル又はペンチルを表し；
- nは1から300、特に3から200、好ましくは5から100の整数である)のものから選択される請求項1ないし8の何れか1項に記載のディスパージョン。

## 【請求項10】

マクロモノマーが上記ポリマーの全重量に対して2重量%から1.6重量%、好ましくは4重量%から15重量%、更に好ましくは6重量%から12重量%、更には8重量%から10重量%の割合でポリマー中に存在する請求項1ないし9の何れか1項に記載のディスパージョン。

## 【請求項11】

10

20

30

40

50

ポリマーの重量平均分子量 ( $M_w$ ) が 10000 から 30000 の間、特に 2000 と 20000 の間、更には 25000 と 15000 の間である請求項 1 ないし 10 の何れか 1 項に記載のディスパージョン。

【請求項 12】

上記ポリマー粒子が 10 から 400 nm、好ましくは 20 から 200 nm の範囲の平均粒径を有する請求項 1 ないし 11 の何れか 1 項に記載のディスパージョン。

【請求項 13】

固体物 40 重量% から 70 重量%、特に 45 重量% から 65 重量% の固体含量（又は乾燥抽出物）を持つ請求項 1 ないし 12 の何れか 1 項に記載のディスパージョン。

【請求項 14】

化粧品的に又は製薬的に許容可能な媒体中に請求項 1 ないし 13 の何れか 1 項に記載のディスパージョンを含む化粧品又は製薬組成物。

【請求項 15】

ディスパージョンが組成物中に 3 重量% から 95 重量%、特に 4 - 90 重量% 又は更には 20 - 70 重量% の割合で存在する請求項 14 に記載の組成物。

【請求項 16】

口ウ、油、ガム及びペースト状脂肪物質で、炭化水素ベース又はシリコーンベースであるものから選択される脂肪物質；及び／又は顔料、フィラー及び／又は真珠光沢剤等の粉状化合物；及び／又は抗酸化剤、香料、精油、保存料、化粧品活性剤、保湿剤、ビタミン類、必須脂肪酸、スフィンゴ脂質、サンスクリーン剤、界面活性剤、脂溶性ポリマー、例えばポリアルキレン類、特にポリプロテイン、ポリアクリレート類及びシリコーンポリマーで脂肪物質と相容性のものを更に含む請求項 14 又は 15 に記載の組成物。

【請求項 17】

皮膚又はケラチン物質のためのケア、クレンジング又はメークアップ組成物、ヘアケア組成物又は抗日光組成物の形態である請求項 14 ないし 16 の何れか 1 項に記載の組成物。

【請求項 18】

皮膚、頭皮、毛、眉、唇及び爪等のケラチン物質をケアし、クレンジングし、及び／又はメークアップするための美容処理方法において、請求項 14 ないし 17 の何れか 1 項に記載の組成物を上記ケラチン物質に適用することからなる方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコーン媒体へのアクリルポリマーからなる粒子の安定なディスパージョン（分散液）、並びにこれらディスパージョンの化粧品組成物における使用とこのようにして得られた組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

有機媒体へポリマー分子を分散させたポリマー分子ディスパージョンを、マスカラ、アイライナー、アイシャドウ又はネイルラッカーのような様々な様々な化粧品处方物中に皮膜形成剤として使用することは従来から行われている。

しかし、欧州特許出願公開第 0749747 号明細書は非水性媒体に不溶性であるポリマー分子のディスパージョンを含有する組成物を開示しており、そのディスパージョンは安定化ポリマーを添加することによって安定化されている。この文献に記載の安定化ポリマーは上述の不溶性ポリマーと物理的相互作用を介して非共有的に結合する。

【0003】

しかし、このタイプの組成物には次のような欠点がある：上記粒子の比較的安定なディスパージョンを得るには、不溶性ポリマー粒子に効果的に結合する量より多い量の「安定化」ポリマーを非水性媒体に添加することが必要となる。しかし、このような組成物に顔料のようなアジュバントを添加する際、安定化ポリマーの幾らかが不溶性ポリマー粒子が

10

20

30

40

50

ら脱離して上記アジュバントと結合する傾向があり、このために、特にポリマー粒子間に凝集物が形成されることによって、ディスパージョンが不安定になる。

特開平11-181008号公報は、安定化ポリマーを添加しないで固形粒子を形成するのに適したポリマーを開示している。しかし、これらの粒子は非水性有機媒体中では不安定であった。

#### 【0004】

【特許文献1】 欧州特許出願公開第0749747号明細書

【特許文献2】 特開平11-181008号公報

#### 【発明の開示】

#### 【0005】

本出願人は驚いたことに安定化ポリマーを添加しないでシリコーン媒体中で安定粒子を形成可能な新規ポリマーを発見した。10

しかし、本発明の目的の一つは、シリコーン有機媒体中に自己安定化(self stabilized)した個々のポリマー粒子が分散したディスパージョンであって、例えば該ディスパージョンを室温(20℃)で一日(24時間)放置した後、目で見て不溶性沈殿物と粒子凝集物がないディスパージョンを提案することにある。

更に、これまでに調製されている非水性媒体へのポリマー粒子ディスパージョンのなかには、皮脂又は脂肪(例えば油)に対して劣った耐性を示すものがあることが分かった。これは、ある範囲の化粧品組成物、特にファンデーションや口紅のようなメークアップ組成物では用いることはできず、経時的に耐性が劣ることになる。20

#### 【0006】

よって、本発明の目的は、また、改良された耐性、特に脂肪及び皮脂に対して耐性を有し、また良好な耐移り性を有すると同時に、ペッキの問題もない組成物を提案することにある。

本発明の第一の主題は、非水性シリコーン媒体に、該媒体に不溶性である骨格と、該骨格に共有結合した側鎖からなる上記媒体に可溶性である部分とを含む少なくとも一のアクリルポリマーからなる粒子が分散したディスパージョンであって、上記ポリマーが、30

一 場合によつてはアクリル酸、メタクリル酸及び式(I)の(メタ)アクリル酸アルキル、及びその塩から選択される一又は複数の付加的モノマーの存在下で、上記不溶性骨格を形成するための、(メタ)アクリル酸C1-C3アルキルから単独に又は混合物として選択される第一モノマーと；

一 重合中に反応して上記側鎖を形成可能な末端基を含む少なくとも一のシリコーンマクロモノマーであつて、200以上の重量平均分子量を持ちポリマーの0.05重量%から20重量%を占めるマクロモノマーと；

からなる重合性混合物の上記媒体中のフリーラジカル重合によつて得ることが可能である、ディスパージョンにある。

本発明の他の主題は、化粧品的に又は製薬的に許容可能な媒体中に上述したディスパージョンを含んでなる化粧品又は製薬組成物にある。

#### 【0007】

本発明に係るディスパージョンはよつて欧州特許出願公開第749747号に記載されたもののような安定化ポリマーを含んであらず、本発明に係るポリマーは従つてそのような付加的な安定化ポリマーで表面が安定化されていない。40

本発明に係るディスパージョンはよつて非水性のシリコーン媒体を含有する。

「非水性媒体」という表現は以下に定義される一又は複数のシリコーン化合物からなる媒体を意味し、該媒体は場合によつては1重量%まで水を含みうる。

#### 【0008】

「シリコーン媒体」という表現は以下に定義される一又は複数のシリコーン化合物から主としてなる媒体、つまり、上記シリコーン化合物が、該媒体を構成する「シリコーン化合物+含まれうる非シリコーン化合物+含まれうる水」の液体全成分の少なくとも50重量%、特に50重量%から100重量%、例えば60重量%から99重量%あるいは更に50

は65重量%から95重量%を表す媒体を意味する。

よって、上記媒体は、場合によつては、媒体の全重量に対して最大量で50重量%、特に0から40重量%あるいは更には1重量%から35重量%、なお更には5-30重量%で存在しうる非シリコーン化合物を含有しうる。

好ましくは、シリコーン媒体は液体である。

#### 【0009】

上記シリコーン媒体中に存在しうるシリコーン化合物としては、 $17(\text{MPa})^{1/2}$ 以下のハンセン溶解性空間の包括的溶解パラメータを有する非水性シリコーン液体化合物を挙げることができる。

ハンセン溶解空間の包括的溶解パラメータ $\delta$ は、エリック・エー・グラルケ(Eric A. G rulke)の「ポリマーハンドブック」(第3版)のVII章、519 559頁の「溶解パラメータ値」の文献に、次の関係：

$$\delta = (d_D^2 + d_P^2 + d_H^2)^{1/2}$$

[上式中、

$-d_D$ は、分子衝突中に誘発される双極子の形成により生じるロンドンの分散力を特性付け、

$-d_P$ は、永久双極子間のデバイの相互作用の力を特性付け、

$-d_H$ は、(水素結合、酸/塩基又は供与体/受容体等の)特定の相互作用の力を特性付ける]

によって定義されている。

20

ハンセンの溶解空間における溶媒の定義は、シー・エム・ハンセン(C. M. Hansen)の「3次元溶解パラメータ」[J. Paint Technol. 39, 105 (1967)]の文献に記載されている。

#### 【0010】

特に、分枝してもよい揮発性及び/又は非揮発性シリコーン油を挙げることができます。

「揮発性油」という用語は、皮膚又は唇から1時間以内に蒸発可能であり、特に室温及び大気圧で $10^{-3} \text{ mmHg}$ から $300 \text{ mmHg}$ (0.13 Paから40000 Pa)の範囲の蒸気圧を有する油を意味する。

本発明において使用することができる揮発性シリコーン油としては、2から7のケイ素原子を含む直鎖状又は環状シリコーン類で、1から10の炭素原子を含むアルキル又はアルコキシ基を含んでいてもよいシリコーン類を挙げることができる。特に、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペニタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、ヘptaメチルヘキシルトリシロキサン、ヘptaメチルオクチルトリシロキサン、オクタメチルトリシロキサン及びデカメチルテトラシロキサン、並びにその混合物を挙げることができる。

30

#### 【0011】

挙げることができ非揮発性シリコーン油には、非揮発性ポリジメチルシロキサン類(PDMS)のような非揮発性ポリジアルキルシロキサン類；シリコーン鎖の末端にあってもベンダント基でもよいアルキル、アルコキシ又はフェニル基であって、2から24の炭素原子を含む基を含むポリジメチルシロキサン類；フェニルトリメチコーン類、フェニルジメチコーン類、フェニルトリメチルシロキシジフェニルシロキサン類、ジフェニルジメチコーン類、ジフェニルメチルジフェニルトリシロキサン類及びポリメチルフェニルシロキサン類のようなフェニルシリコーン類；脂肪酸(特にC<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>)、脂肪アルコール(特にC<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>)又はポリオキシアルキレン(特にポリオキシエチレン及び/又はポリオキシプロピレン)で変性したポリシロキサン類；アミノポリシロキサン類；ヒドロキシル基を含むポリシロキサン類；水素の全部か一部がフッ素原子で置き換えた1から12の炭素原子を含む、シリコーン鎖の末端にあるかベンダント基であるフルオロ基を含むフルオロポリシロキサン類；並びにその混合物が含まれる。

40

#### 【0012】

50

シリコーン媒体中に少量で存在しうる非シリコーン化合物としては、 $1\text{7}(\text{MPa})^1 / 2$  未満のハンセン溶解性空間の包括的溶解パラメータを有する非水性非シリコーン液体化合物： $20(\text{MPa})^1 / 2$  以下のハンセン溶解性空間の包括的溶解パラメータを有するモノアルコール類；並びにその混合物が挙げられる。

非水性非シリコーン液体化合物としては、液状脂肪物質、特に油を挙げることができ、それは、天然又は合成の、炭素ベース油、炭化水素ベース油及びフルオロ油で、分枝してもよいものから単独又は混合物として選択することができる。これらの油としては、脂肪酸エステルとポリオールから形成された植物性油、特にトリグリセリド類、例えばヒマワリ油、ゴマ油又は菜種油、あるいは長鎖（つまり6から20炭素原子を含む鎖）を含むアルコール又は酸から誘導されたエステル、特にRが7から19の炭素原子を有する高級脂肪酸残基を表し、R'が3から20の炭素原子を有する炭化水素ベース鎖を表す式 $\text{RCOOR}'$ のエステル、例えばバルミチン酸エステル、アジピン酸エステル及び安息香酸エステル、特にアジピン酸ジイソアロヒルを挙げることができる。また、揮発性であってもよい直鎖状、分枝状及び/又は環状アルカン、特に流動パラフィン、流動ワセリン又は水添ポリイソブチレン、イソドテカン又は「アイソバー(IsoPars)」、揮発性イソパラフィンを挙げることができる。また、6を越える炭素原子を含む直鎖状、分枝状又は環状エステル類；6を越える炭素原子を含むエーテル類；及び6を越える炭素原子を含むケトン類を挙げることができる。

#### 【0013】

「 $20(\text{MPa})^1 / 2$  以下のハンセン溶解空間の包括的溶解パラメータを有するモノアルコール」という表現は、6から30の炭素原子を含む、炭化水素含有鎖が置換基を含んでいない脂肪族脂肪モノアルコールを意味し、オレイルアルコール、デカノール、ドデカノール、オクタデカノール及びリノレイルアルコールを挙げることができる。

ポリマー骨格を形成するモノマーの選択、マクロモノマー、ポリマーと側鎖の分子量及びポリマー中のモノマーとマクロモノマーの割合の選択は、上記媒体中で安定なポリマー粒子ディスパージョンを得るためにシリコーン媒体の関数としてなされ、この選択は当業者によってなされうる。

#### 【0014】

本発明において、「安定なディスパージョン」という用語は、特に例えば4000 rpmで15分間の遠心分離後に液/固相分離を生じたり又は固体沈殿物を形成することができないディスパージョンを意味する。

ディスパージョン中の粒子を形成するアクリルポリマーは、よって上記媒体に不溶性である骨格と上記媒体に可溶性である部分を含む。

これらのポリマーは様々な形態、特にランダムポリマーの形態をとりうる。

#### 【0015】

本発明において、「アクリルポリマー」という用語は、

- 単独又は混合物としての(メタ)アクリル酸C1-C3アルキルタイプの第一モノマーと、

- アクリル酸、メタクリル酸、式(I)の(メタ)アクリル酸アルキル、及びその混合物から選択される可能な付加的モノマーと、

- 又は複数のマクロモノマーと、

からなる重合性混合物の、与えられた非水性シリコーン媒体中又は重合媒体中のフリーラジカル重合によって得ることができるポリマーを意味する。

好ましくは、第一モノマー又は第一モノマーの混合物は、「第一モノマー+付加的モノマー」の混合物の50-100重量%、特に55から95重量%又は更には60から80重量%を占める。

#### 【0016】

本発明において、「マクロモノマー」という用語は、重合反応中にモノマーと反応して側鎖を形成することができる好ましくは重合性の末端基をその末端の一方のみに含むあるいはポリマー、特にオリゴマーを意味し、上記基は骨格を構成するモノマーとフリーラジ

カル重合を受けることができるエチレン性不飽和基でありうる。

好ましくは、マクロモノマーは、そのホモポリマーが当該シリコーン媒体に可溶性である、つまり上記媒体中に室温で5重量%以上の濃度で十分に溶解するマクロモノマーから選択される。

### 【0017】

よって、本発明に係るポリマーは、考慮下の媒体に不溶性であるポリマーの形態であり、シリコーンマクロモノマーの反応から誘導される側鎖（又はグラフト）と特に一又は複数のアクリルモノマーの重合から生じる単位、特にアクリル単位の配列からなる骨格（又は主鎖）を含み、上記側鎖は上記主鎖に共有結合している。

骨格（又は主鎖）は考慮下の媒体に不溶性である一方、側鎖（又はグラフト）は上記媒体に可溶性である。 10

### 【0018】

重合後にポリマーの不溶性骨格を構成するために使用することができます第一モノマーとしては、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタクリル酸エチル、アクリル酸ヘーフロビル、メタクリル酸ヘーフロビル、アクリル酸イソフロビル及びメタクリル酸イソフロビルを、単独で又は混合物として挙げることができる。

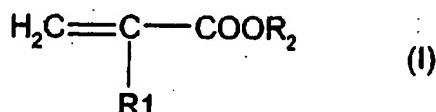
アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル及びメタクリル酸エチルが最も好適である。

### 【0019】

重合後にアクリルポリマーの不溶性骨格を構成するために、上記第一モノマー又は第一モノマー混合物と共に場合によっては使用される付加的なモノマーは、 20

- (メタ)アクリル酸とその塩、
- 式(I)の(メタ)アクリレートとその塩：

### 【化1】



(上式中、

- $\text{R}_1$  は水素原子又はメチル基を示し；

- $\text{R}_2$  は、

- 1から6の炭素原子を含む直鎖状又は分枝状アルキル基であって、その鎖中に一又は複数の酸素原子を含み、及び/又は-OH、ハロケン原子(F、Cl、Br又はI)及び-NR'R"(ここで、R' & R"は同一でも異なっていてもよく、直鎖状又は分枝状C1-C8アルキル基から選択される)から選択される一又は複数の置換基を含む基： 30

- 3から6の炭素原子を含む環状アルキル基であって、その鎖中に一又は複数の酸素原子を含むことができ、及び/又はOH及びハロケン原子(F、Cl、Br又はI)から選択される一又は複数の置換基を含むことができる基：  
を表す)

から、単独で又は混合物として選択される。

### 【0020】

挙げることができる $\text{R}_2$ の例には、メトキシエチル、エトキシエチル、トルフルオロエチル、2-ヒドロキシエチル、2-ヒドロキシプロセル、ジメチルアミノエチル、ジエチルアミノエチル又はジメチルアミノプロビル基が含まれる。

これら付加的なモノマーのなかでも、特に、(メタ)アクリル酸メトキシエチル又はエトキシエチル；メタクリル酸トリフルオロエチル；メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロビル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロビル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル；及びその塩が、単独で又は混合物として挙げられる。

アクリル酸とメタクリル酸が最も好適である。

### 【0021】

挙げることができる塩は、無機塩基、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム又は水酸化アンモニウム、又は有機塩基、例えばアルカノールアミン類、例えばモノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン又は2-メチル-2-アミノ-1-プロパノールとの酸基の中和によって得られるものである。

例えば無機又は有機酸を用いて、第8級アミン基の中和によって形成されるものをまた挙げることができる。挙げることができるものの中には硫酸、塩酸、臭化水素酸、ヨウ化水素酸、リン酸及びホウ酸である。挙げることができるものの中には、一又は複数のカルボン酸、スルホン酸又はホスホン酸基を含む酸である。それらは直鎖状、分枝状又は環状脂肪酸、あるいは芳香族酸でありうる。これらの酸はOとNから選択されると一又は複数のヘテロ原子を、例えばヒドロキシル基の形態で含んでいてもよい。有機酸の例には、酢酸、ブロモオン酸、テレフタル酸、クエン酸及び酒石酸が含まれる。  
10

#### 【0022】

これらの非重合の第一及び付加的モノマーは考慮下の媒体に可溶性であってもよいが、適切な量での重合後には不溶性になることが理解され、これが本発明の目的である。

反応後に本発明のポリマーの側鎖を構成するマクロモノマーは、重合中にアクリル及びビニルモノマーと反応して上記鎖を形成することができる末端基を鎖末端に含み、上記末端基は特にビニル又は(メタ)アクリロイルオキシ基(アクリレート又はメタクリレート)である。

#### 【0023】

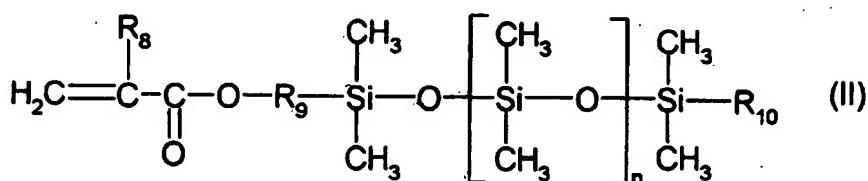
マクロモノマーは好ましくはシリコーンマクロモノマー、特にホモポリマーが25℃以下、特に-100℃から25℃の範囲、好ましくは-80℃から0℃の範囲のガラス転移温度(Tg)を持つものから選択される。  
20

好ましくは、本発明に係るマクロモノマーは、200から100000、好ましくは300から50000、特に500から20000、より好ましくは800から10000、例えば1000から6000の範囲の重量平均分子量(Mw)を有する。

#### 【0024】

特に、モノアクリロイルオキシ又はモノメタクリロイルオキシ末端基を含むポリジメチルシロキサン類、特に次の式(I)  
I :

#### 【化2】



(上式中、

- R8は水素原子又はメチル基、好ましくはメチル基を示す；
- R9は1から10の炭素原子を含む二価の直鎖状又は分枝状炭化水素基であって、場合によつては一又は二のエーテル結合-O-を含む基を表す；好ましくはR9はエチレン、ブロピレン又はブチレンを表す；
- R10は1から10の炭素原子、特に2から8の炭素原子を含む直鎖状又は分枝状アルキル基を表す；好ましくはR10はメチル、エチル、ブロモル、ブチル又はペンチルを表す；
- nは1から300、特に3から200、好ましくは5から100の整数である)のものを挙げることができる。

#### 【0025】

モノメタクリロイルオキシブロモポリジメチルシロキサン類、例えばUCT(United Chemical Technologies Inc.)によってPS560-K6の名で、又はゲレスト・インク(Gelest Inc.)からMCR-M17の販売されているものを挙げることができる。

マクロモノマーは上記ポリマーの全重量に対して2重量%から16重量%、好ましくは  
50

4重量%から15重量%、更に好ましくは6重量%から12重量%、更には8重量%から10重量%の割合で本発明のポリマー中に存在する。

#### 【0026】

- 本発明において特に好適なポリマーは、次のものの重合によって得られるものである：
- 特にデカメチルシクロペンタシロキサン又はフェニルトリメチコーン中の、特に800から5000のM<sub>w</sub>のモノメタクリロイルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマーとアクリル酸メチル。
  - 特にデカメチルシクロペンタシロキサン又はフェニルトリメチコーン中の、特に800から5000のM<sub>w</sub>のモノメタクリロイルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマーとアクリル酸メチルとアクリル酸。

10 ポリマーの重量平均分子量(M<sub>w</sub>)は好ましくは10000から300000の間、特に20000と200000の間、更には25000と150000の間である。

#### 【0027】

与えられたシリコーン媒体中における上述の特性によって、ポリマーはそれ自身の上に折り畳まれる能力を持っており、よって実質的に球状の形状の固体粒子を形成し、これら粒子の周囲には分散した側鎖があり、それがこれら粒子の安定性をもたらす。本発明のポリマーの特性から生じるこのような粒子は、上記媒体中で凝集せず、よって自己安定化し、特に安定なポリマー粒子ディスパージョンを形成するという特定の特徴を有している。

特に、本発明に係るポリマーは10から400nm、好ましくは20から200nmの範囲の平均粒径を有するナノメータサイズの固体粒子を形成することができます。

#### 【0028】

この非常に小さいサイズのために、ディスパージョンの成分の一部を形成する固体粒子は特に安定であり、よって凝集する恐れは殆どない。

よって、本発明のディスパージョンは、考慮下の媒体中で安定であり、長い期間の間(例えば24時間)室温(25°C)に置かれたとき沈殿を形成しないディスパージョンである。

好ましくは、粒子ディスパージョンは、固体物40重量%から70重量%、特に45重量%から65重量%の固体含量(又は乾燥抽出物)を持つ。

#### 【0029】

上記ポリマー又は上記ポリマー粒子ディスパージョンは、上述した一又は複数のシリコーンマクロモノマーと上述した一又は複数のアクリルモノマーの、上述の定義に対応する媒体中でのフリーラジカル共重合を実施することからなる工程を含む方法によって調製することができる。

共重合は重合開始剤の存在下で常套的に実施することができる。重合開始剤はフリーラジカル開始剤でありうる。一般に、そのような重合開始剤は有機過酸化化合物、例えば過酸化ジラウロイル、過酸化ジベンゾイル又はペルオキシ2エチルヘキサン酸tertブチル:ジアゾ化合物、例えばアソビスイソアチロニトリル又はアソビスジメチルバレオニトリルから選択することができる。

#### 【0030】

反応はまた光開始剤を使用して又はUV又は中性子のような放射線又はプラズマで、開始させることができる。

一般に、このプロセスを実施するには、シリコーン媒体の少なくとも一部、重合後に不溶性骨格を構成するアクリル及び/又は付加的モノマーの一部、マクロモノマーの全部(ポリマーの側鎖を構成)及び重合開始剤の一部を、そのサイズが調製するポリマー量に適した反応器中に導入する。この導入段階で反応媒体は比較的均質な媒体を形成する。

#### 【0031】

ついで反応媒体をし所定の温度まで加熱してモノマーとマクロモノマーの重合を達成する。所定の時間後、最初は均一で透明な媒体は乳白色の外観のディスパージョンになる。ついで、重合開始剤とモノマーの残りの部分からなる混合物を添加する。十分な時間、しながら混合物を加熱すると、媒体は乳白色のディスパージョン形態で安定化し、

ディスパージョンはつくり出された安定化したポリマー粒子を媒体中に含み、上記安定化は上記媒体に可溶性である側鎖の存在による。シリコーン媒体とは異なる重合媒体中でポリマー粒子ディスパージョンを調製することもでき、その媒体は、重合後に、本発明に係る非水性媒体によって更に置き換えられる。

### 【0032】

本発明に係るポリマー粒子ディスパージョンはあらゆるタイプの組成物、特に化粧品的に又は製薬的に許容可能な媒体を含有する化粧品又は製薬組成物、例えは皮膚又はケラチン物質用のケア、クレンジング又はメークアップ組成物、ヘアケア組成物又は抗日光組成物に使用することができる。

ディスパージョンは組成物中に3重量%から95重量%、特に4-90重量%又は更には20-70重量%の割合で存在しうる。好みしくは、組成物は、組成物の全重量に対して、0.5重量%から25重量%、特に1重量%から20重量%、より特定的には4重量%から17重量%、最も好みしくは5重量%から15重量%の乾燥物質の本発明のポリマーを含有する。

### 【0033】

望まれる用途に応じて、組成物は化粧品又は製薬的組成物に通常導入されるアジュvantを含みうる。

挙げることができるこれらのアジュvantは、脂肪物質、特にロウ、油、ガム及び/又はペースト状脂肪物質で、炭化水素ベース及び/又はシリコーンベースであるもの、及び粉状化合物、例えは顔料、フィラー及び/又は真珠光沢剤である。

本発明に係る組成物中に存在しうるロウとしては、炭化水素ベースのロウ、例えはミツロウ：カルナウバロウ、キャンデリラロウ、オーリクリーロウ(ouricury wax)、モクロウ、コルク纖維ロウ又はサトウキビロウ、バラフィン、褐炭ロウ：マイクロクリスタリンワックス：ラノリンロウ：モンタンロウ：オソケライト：ポリエチレンロウ：フィッシュエトロフュ合成により得られるロウ：水添油、25°Cで固体のグリセリド及び脂肪エステルを、単独に又は混合物として挙げることができる。また、シリコーンロウを使用することができ、このようなものとしては、アルキル及びアルコキシポリメチルシロキサン、及び/又はポリメチルシロキサンエステルを挙げることができる。

### 【0034】

本発明に係る組成物中に存在しうる油としては、炭化水素ベースの油、例えは流動バラフィン又は流動ワセリン；ペルヒドロスクワレン；アララ油；スイートアルmond油、美葉(beauty leaf)油、バーム油、ヒマシ油、アボカド油、ホホバ油、オリーブ油又は穀類芽油；ラノリン酸、オレイン酸、ラウリン酸又はステアリン酸のエステル類；アルコール類、例えはオレイルアルコール、リノレイルアルコール、リノレニルアルコール、イソステアリルアルコール又はオクチルドテカノールを単独に又は混合物として挙げることができる。またシリコーン油、例えはフェニル化されていてもよいPDMS類、特にフェニルトリメチコーンを挙げることもできる。揮発性油、例えは、シクロテトラジメチルシロキサン、シクロペンタジメチルシロキサン、シクロヘキサジメチルシロキサン、メチルヘキシルジメチルシロキサン、ヘキサメチルジシロキサン又はイソバラフィン類も挙げられる。

### 【0035】

顔料は白色又は有色で、無機及び/又は有機でありうる。無機顔料としては、二酸化チタン、二酸化ジルコニアム又は二酸化セリウム、並びに、酸化亜鉛、酸化鉄又は酸化クロム、及びフェリックブルーを挙げることができる。有機顔料としては、カーボンブラック及びバリウム、ストロンチウム、カルシウム又はアルミニウムのレーク類を挙げができる。

真珠光沢剤は、酸化チタン、酸化鉄、天然顔料又はオキシ塩化ビスマスで被覆されたマイカ、並びに有色のチタンマイカから選択することができる。

### 【0036】

フィラーは、ラメラ状又は非ラメラ状、無機又は有機のものとできる。タルク、マイ

10

20

30

40

50

カ、シリカ、カオリン、ナイロン粉末、ポリエチレン粉末、テフロン(登録商標)、テンブン、チタンマイカ、天然真珠光沢剤、塗化ホウ素、中空ミクロスフィア、例えばエクスパンセル(ノーベルインダストリー社)、ポリトラップ(Polytrap)(ダウコーニング社)及びシリコーン樹脂マイクロピース(例えば東芝のトスピール(Tospearls))を挙げることができる。

#### 【0037】

組成物はまた化粧品に通常使用されている任意の添加剤、例えば、抗酸化剤、香料、精油、保存料、化粧品活性剤、保湿剤、ビタミン類、必須脂肪酸、スフィンゴ脂質、サンスクリーン剤、界面活性剤、脂溶性ポリマー、例えばポリアルキレン類、特にポリプロテニン、ポリアクリレート類及びシリコーンポリマーで脂肪物質と相容性のものを更に含みうる。言うまでもなく、当業者であれば、考えられる添加により、本発明に係る組成物の有利な特性が悪影響を受けないか、実質的に受けないように留意して、この又はこれらの任意の更なる化合物及び/又はその量を選択するであろう。

#### 【0038】

本発明に係る組成物は、化粧品、衛生又は製薬組成物に対して許容され一般的であるあらゆる形態をとり得、特に、水中油型又は油中水型エマルション、ローション、ムース又はスプレーの形態をとりうる。

本発明が好ましい標的とする用途としては、特に、

一 ヘアケア製品(毛髪の洗浄、ケア又は美容)の分野、本発明に係る組成物は特にエアーソル、ムース、シャンパー、コンディショナー、スタイリング又はトリートメントローション又はケル、及びシェーピング、ヘアセット又は固定ラッカー又はローションの形態である：

一 メークアップ製品、特に、毛のメークアップの分野、該組成物はマスカラ又はアイライナー、口紅、リップグロス、ファンデーション、メークアップルージュ又はアイシャドウの形態である；

一 身体の皮膚及び顔の皮膚のためのケア製品、特に抗日光製品又は日焼け用製品の分野を挙げることができる。

本発明の主題はまた皮膚、頭皮、毛、眉、唇又は爪のようなケラチン物質のためのケア、クレンジング及び/又はメークアップのための美容処理方法であって、上述の組成物を上記ケラチン物質に適用することからなる方法である。

#### 【実施例】

#### 【0039】

以下に、本発明を、非限定的な例証のために記載する次の実施例によって更に詳細に説明する。

本実施例は、所定の媒体への粒子ディスパージョンを形成可能な本発明に係るポリマーの調製を例証する。

これらの実施例では、ポリマーの重量平均分子量( $M_w$ )及び数平均分子量( $M_n$ )、ポリマーのガラス転移温度、ディスパージョンの固形含量(又は乾燥抽出物)及びポリマー粒子のサイズが、上記ディスパージョンの調製後に測定される。

重量平均( $M_w$ )及び数平均( $M_n$ )分子量は、ケル透過液体クロマトグラフィー(THF溶媒、線形ポリスチレン標準物を用いて樹立した検量線、屈折検出器)によって測定される。

#### 【0040】

ガラス転移温度( $T_g$ )の測定は示差熱分析(DSC「示差走査熱量測定法」)によってASTM規格D 3418-97に従って、 $150\text{mL}$ のアルミニウム坩堝中、 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ の加熱速度で $-100^\circ\text{C}$ と $+150^\circ\text{C}$ の間の温度範囲に対して熱量計にて実施される。

坩堝は次のようにして準備される： $100\text{mL}$ の得られたディスパージョンを $150\text{mL}$ のアルミニウム坩堝中に導入し、溶媒を室温及び50%RHにて24時間にわたって蒸発させる。操作を繰り返した後、坩堝をMettler DSC 30熱量計中に導入する。

10

20

30

40

50

固体含量（又は乾燥抽出物）、つまり非揮発性物質の量は、様々な方法で測定することができます：例えばオープン乾燥による方法又は赤外線にさらすことによって乾燥させる方法を挙げることができます。

#### 【0041】

固体含量は、好みしくは、 $2\text{ }\mu\text{m}$ から $3\text{. }5\text{ }\mu\text{m}$ の波長の赤外線によって試料を加熱することによって測定する。高蒸気圧を有する組成物中に含まれる物質はこの照射の作用によって蒸発する。試料の重量損失を測定すると組成物の乾燥抽出物を測定することができます。これらの測定はMettlerから市販のLIP 16赤外線乾燥器を用いて実施される。この方法はMettlerによって供給される機器の説明書に詳細に記載されている。

測定プロトコールは次の通りである：約1%の組成物を金属カップ上に広げる。乾燥器にこのカップを導入し、120℃の名目温度に1時間さらす。初期質量に相当する試料の湿式質量と、照射に暴露した後の質量に対応する試料の乾燥質量を、精密天秤を用いて測定する。

固体含量は、次の式：

$$\text{乾燥抽出物} = 100 \times (\text{乾燥質量} / \text{湿潤質量})$$

によって計算される。

#### 【0042】

粒子径は様々な方法によって測定することができます：特に光散乱式技術（動的及び静的）、コールター(Coulter)カウンター法、沈降速度測定法（ストークスの法則による粒径に関連）及び顕微鏡を挙げることができます。これらの技術により粒子の直径と、その幾つかの方法では粒径分布を測定することができます。

本発明に係る組成物中の粒子の粒径と粒径分布は、好みしくは、Malvern社のMasterSizer 2000のような市販の粒度計を用いて静電光散乱法によって測定される。データはMie散乱理論をベースとして処理される。この理論は、等方性の粒子に対して正確であり、非球状粒子の場合には「有効」粒子径を決定することができます。この理論は特にVan de Hulst, H.C., 「Light Scattering by Small Particles」9章及び10章, Wiley, New York, 1957の刊行物に記載されている。

#### 【0043】

組成物は次の式：

#### 【数1】

$$D[4.3] = \frac{\sum V_i \cdot d_i}{\sum V_i}$$

（上式中、 $V_i$  は有効直径 $d_i$  の粒子の体積を表す）

で定義される体積 D[4.3]によるその平均「有効」直径によって特徴付けられる。このパラメータは特に粒度計の技術文献に記載されている。

#### 【0044】

測定は次のようにして組成物から得られる希釈粒子ディスページョンで25℃にて実施される：1) 水での100倍希釈、2) 溶液の均質化、3) 18時間溶液を静置、4) やや白い均一な上清の回収。

「有効」直径は水の屈折率を1.33とし、粒子の平均屈折率を1.42とすることにより得られる。

#### 【0045】

#### 実施例1

この実施例はシリコーン溶媒への粒子ディスページョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、モノメタクリルオキシプロピルジメトキシシランマクロモノマー（PS560-K6）の存在下でのアクリル酸メチルの重合によって得られる。

150%のデカメチルシクロペンタシロキサン、12.75%のアクリル酸メチル、2

10

20

30

40

50

25%のモノメタクリルオキシプロピル ポリジメチルシリコサン ( $M_w = 1000$  の PS560-K6) 及び 0.8%のペルオキシ 2 エチルヘキサン酸 tert プチル (Trigonox 218) を 500 ml の反応器に仕込んだ。

反応混合物を し 1 時間かけて 90°C に加熱した。90°C で 15 分経つと、透明な外観から乳白色の外観へ変わった反応媒質の外観変化が観察された。をしながらの加熱を更に 15 分間継続した後、35%のアクリル酸メチルと 0.5%の Trigonox 218 からなる混合物を 1 時間かけて滴下した。ついで 90°C で 4 時間加熱した後、反応媒質からヘプタンを蒸留した。この加熱操作後、デカメチルシリコペントシロキサン (D5) へのポリマー粒子の安定なディスパージョンが得られた。

#### 【0046】

10

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 重量平均分子量  $M_w : 186800$
- 数平均分子量  $M_n : 86830$
- 多分散性指数 ( $M_w/M_n$ ) = 5.07
- ガラス転移：Mettler DSC にて 7°C
- 乾燥抽出物：熱バランスによって実施して、D5 中 25%
- 粒子径：Malvern Autosizer LC を用いて 25°C で実施して、0.05 の多分散性で 160 nm。

マクロモノマーはポリマーの 4.5 重量%を占める。

得られたディスパージョンの安定性を次の安定性プロトコールを実施することによって証明した：8 ml の調製したディスパージョンを溶血チューブに入れ、Jouan C100 85 遠心分離器を用いて 4000 rpm で 15 分遠心分離した。15 分後、相分離がないことが観察され、ディスパージョンが安定であることが証明された。

#### 【0047】

20

#### 実施例 2

この実施例はシリコーン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、モノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシリコサン (MCR-M17) マクロモノマーの存在下でのアクリル酸メチルの重合によって得られる。

200%のヘプタン、200%のデカメチルシリコペントシロキサン、30%のアクリル酸メチル、10%のモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシリコサンマクロモノマー ( $M_w = 5000$  の MCR-M17) 及び 3.2%のペルオキシ 2 エチルヘキサン酸 tert プチル (Trigonox 218) を 1 リットルの反応器に仕込んだ。

30

反応混合物を し 1 時間かけて 90°C に加熱した。90°C で 15 分経つと、透明な外観から乳白色の外観への反応媒質の外観変化が観察された。をしながらの加熱を更に 15 分間継続した後、160%のアクリル酸メチルと 2%の Trigonox 218 からなる混合物を 1 時間かけて滴下した。ついで 90°C で 4 時間加熱した後、反応媒質からヘプタンを蒸留した。

#### 【0048】

40

この蒸留操作後、デカメチルシリコペントシロキサン (D5) 中においてこのようにして調製されたポリマー粒子の安定なディスパージョンが得られた。

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 重量平均分子量  $M_w : 102347$
- 数平均分子量  $M_n : 28283$
- 多分散性指数 ( $M_w/M_n$ ) = 3.62
- 乾燥抽出物：熱バランスによって実施して、D5 中 51.4%
- ガラス転移：Mettler DSC にて 12°C
- 粒子径：Malvern Autosizer LC を用いて 25°C で実施して、0.04 の多分散性で 160 nm。

マクロモノマーはポリマーの 5 重量%を占める。

実施例 1 の安定性プロトコールを実施したところ、得られたディスパージョンは安定で

50

あることが分かった。

【0049】

実施例3

この実施例はシリコーン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、アクリル酸メチルとモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシリコキサンマクロモノマー(MCR-M17)の重合によって得られる。

200份のヘプタン、200份のデカメチルシクロペンタシロキサン、30份のアクリル酸メチル、16份のモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシリコキサンマクロモノマー( $M_w = 5000$ のMCR-M17)及び3.2份のペルオキシ2エチルヘキサン酸tertブチル(Trigonox218)を1リットルの反応器に仕込んだ。

反応混合物を1時間かけて90℃に加熱した。90℃で15分経つと、透明な外観から乳白色の外観への反応媒質の外観変化が観察された。をしながらの加熱を更に15分間継続した後、154份のアクリル酸メチルと2份のTrigonox218からなる混合物を1時間かけて滴下した。ついで90℃で4時間加熱した後、反応媒質からヘプタンを蒸留した。

【0050】

この蒸留操作後、デカメチルシクロペンタシロキサン中にあいてポリマー粒子の安定なディスパージョンがこのようにして得られた。

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 重量平均分子量  $M_w$  : 118986
- 数平均分子量  $M_n$  : 29914
- 多分散性指数 ( $M_w/M_n$ ) = 3.98
- 乾燥抽出物：熱バランスによって実施して、D5中49.6%
- ガラス転移：Mettler DSCにて12℃
- 粒子径：Malvern Autosizer LCを用いて25℃で実施して、0.04の多分散性で170nm。

マクロモノマーはポリマーの8重量%を占める。

実施例1の安定性プロトコールを実施したところ、得られたディスパージョンは安定であることが分かった。

【0051】

実施例4

この実施例はシリコーン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、アクリル酸メチルとモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシリコキサンマクロモノマー(MCR-M17)の重合によって得られる。

200份のヘプタン、200份のフェニルトリメチコン、30份のアクリル酸メチル、10份のモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシリコキサンマクロモノマー( $M_w = 5000$ のMCR-M17)及び3.2份のペルオキシ2エチルヘキサン酸tertブチルを1リットルの反応器に仕込んだ。

反応混合物を1時間かけて90℃に加熱した。90℃で15分経つと、透明な外観から乳白色の外観への反応媒質の外観変化が観察された。をしながらの加熱を更に15分間継続した後、160份のアクリル酸メチル及び2份のTrigonox218からなる混合物を1時間かけて滴下した。ついで90℃で4時間加熱した後、反応媒質からヘプタンを蒸留した。

【0052】

この蒸留操作後、このようにしてフェニルトリメチコンにおいて調製されたポリマー粒子の安定なディスパージョンが得られた。

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 重量平均分子量  $M_w$  : 95630
- 数平均分子量  $M_n$  : 25690
- 多分散性指数 ( $M_w/M_n$ ) = 3.72

- 理論乾燥抽出物：フェニルトリメチコーン中 50 %
- ガラス転移：Mettler DSC にて 12 °C
- 粒子径：Malvern Autosizer LC を用いて 25 °C で実施して、0.04 の多分散性で 150 nm。

マクロモノマーはポリマーの 5 重量 % を占める。

実施例 1 の安定性プロトコールを実施したところ、得られたディスパージョンは安定であることが分かった。

#### 【0053】

##### 実施例 5

この実施例はシリコーン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、アクリル酸メチルとアクリル酸とモノメタクリルオキシプロピルジメチルシロキサンマクロモノマー (MCR-M17) の重合によって得られる。

200 ‰ のヘプタン、200 ‰ の D5、26 ‰ のアクリル酸メチル、14 ‰ のモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマー (MW = 5000 の MCR-M17) 及び 3.2 ‰ のペルオキシ 2 エチルヘキサン酸 tert プチルを 1 リットルの反応器に仕込んだ。

反応混合物を 1 時間かけて 90 °C に加熱した。90 °C で 15 分経つと、透明な外観から乳白色の外観への反応媒質の外観変化が観察された。をしながらの加熱を更に 15 分間継続した後、120 ‰ のアクリル酸メチル、40 ‰ のアクリル酸及び 2 ‰ の Triethanolamine からなる混合物を 1 時間かけて滴下した。ついで 90 °C で 4 時間加熱した後、反応媒質からヘプタンを蒸留した。

#### 【0054】

この蒸留操作後、D5 中においてポリマー粒子の安定なディスパージョンがこのようにして得られた。

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 理論乾燥抽出物：熱バランスによって実施して、D5 中 50 %
- ガラス転移：Mettler DSC にて 12 °C
- 粒子径：Malvern Autosizer LC を用いて 25 °C で実施して、0.04 の多分散性で 170 nm。

マクロモノマーはポリマーの 7 重量 % を占める。

実施例 1 の安定性プロトコールを実施したところ、得られたディスパージョンは安定であることが分かった。

#### 【0055】

##### 実施例 6：マスカラ組成物

以下の組成を有するマスカラを調製した：

ミツロウ	8 ‰
パラフィンロウ	3 ‰
カルナウバロウ	6 ‰
塩化ジステアリルジメチルベンジルアンモニウム	5.3 ‰
アクリル酸メチル	
(Elementis の Bentone (登録商標) 88V)	

炭酸プロピレン	1.7 ‰
フィラー	1 ‰
顔料	5 ‰

実施例 4 のポリマーディスパージョン	129 AM*
イソドテカン	合計 100 ‰ にする量

毛に塗布したところ、マスカラは非常に満足できるものであった。

#### 【0056】

##### 実施例 7：口紅スティック

以下の口紅組成物を調製した：

10

20

30

40

50

ポリエチレンロウ	15%	
実施例3のポリマーディスパージョン	1.0%AM*	
水添ポリイソブテン(日本油脂のパールリーム)	2.6%	
顔料	8.6%	
イソドテカン	合計100%にする量	

唇に塗布したところ、得られた組成物は良好な化粧品特性を示した。

### 【0057】

#### 実施例8: W/Oファンデーション

以下の化合物を含有するファンデーション組成物を調製した

A相	セチルジメチコーンコポリオール	8%	10
	(ゴールドシュミット社のAbil EM90)		
	コハク酸イソステアリルジグリセリル	0.6%	
	(Condea社のImwitor780K)		
	イソドテカン	18.5%	
	顔料混合物	10%	
	(疎水性酸化鉄及び酸化チタン)		
	実施例3のポリマーディスパージョン	8.7%AM	
	ポリアミド粉末(デュポンのナイロン12)	8%	
	香料	適量	
B相	水	計100%にする量	20
	硫酸マグネシウム	0.7%	
	保存料(メチルパラベン)	適量	
C相	水	2%	
	保存料(ジアソリニル尿素)	適量	

得られた組成物は良好な化粧品特性を示した。

### 【0058】

#### 実施例9

以下の組成を有する圧密化パウダーを調製した:

##### 組成物A:

- タルク	80%	30
- オキシ塩化ビスマス	10%	
- ステアリン酸亜鉛	4%	
- ナイロン粉末	20%	
- 実施例1のディスパージョン	5%	

##### 組成物B:

- 酸化鉄	2%
- 流動ワセリン	6%

このパウダーは次のようにして得た: 組成物Aを穂やかにしながらケンウッドミルで約5分間粉碎し、組成物Bを添加し、混合物を同じ速度で約2分間粉碎した後、更に高速で3分間粉碎した。ついで、調製物を0.16mmスクリーンを用いてにかけた後、この混合物をディッシュに圧密化した。

良好な化粧品特性を持つ圧密化パウダーが得られた。

得られた組成物は塗布が容易で快適であった。数時間つけた後でさえ、皮膜は皮膚の細かいシワの中に入り込まないことが分かった。

### 【0059】

#### 実施例10: フェイシャルケル

以下の組成物を調製した:

・ パルミチン酸イソプロピル	10%	50
・ ワセリン(ロウ)	5%	
・ 変性ヘクトライト(クレー)	0.15%	

・ オゾケライト(ロウ)	5%
・ オキシエチレン化セフタオレイン酸 ソルビタン(400E)	5%
・ 実施例4のディスパージョン(25% 固形物) 良好な化粧品特性を持つケルを得た。	75%

## 【0060】

実施例11：手入れ用オイル

以下の組成物を調製した：

・ 実施例2のディスパージョン(25% 固形物)	70%
・ 木本バ油	15%
・ 大豆油	15%

ホディ又はフェースに塗布できる手入れ用オイルが得られた。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

A 6 1 K 7/48

F I

A 6 1 K 7/025  
A 6 1 K 7/032  
A 6 1 K 7/043  
A 6 1 K 7/48

テーマコード(参考)

F ターム(参考) 4C083 AA082 AA122 AB232 AB242 AB362 AB432 AB442 AC012 AC021 AC022  
AC242 AC342 AC422 AC442 AC482 AC682 AC692 AD072 AD091 AD151  
AD162 AD611 BB01 BB23 BB46 CC02 CC11 CC13 CC14 CC19  
CC28 DD17 DD30 DD32 DD41  
4J027 AF04 AF05 AJ01 AJ02 BA06 BA07 BA08 BA13 CA14 CA21  
CA22 CA24 CB04 CC02 CC03 CC05 CD07